

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2004-043921

(43)Date of publication of application : 12.02.2004

(51)Int.Cl.

C22C 38/00
B22D 11/00
B22D 11/06
B22F 1/00
B22F 9/04
B22F 9/08
C22C 33/02
H01F 1/053
H01F 1/06
H01F 1/08

(21)Application number : 2002-205214

(71)Applicant : SHOWA DENKO KK

(22)Date of filing : 15.07.2002

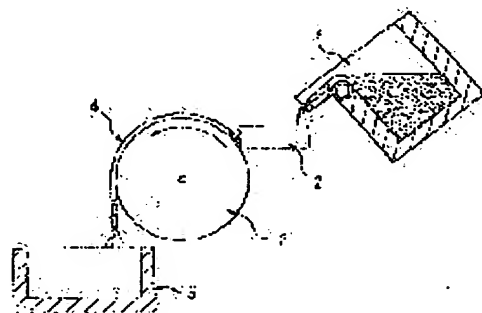
(72)Inventor : SASAKI SHIRO

(54) RARE-EARTH-CONTAINING ALLOY FLAKE, ITS MANUFACTURING PROCESS, RARE-EARTH SINTERED MAGNET, ALLOY POWDER FOR THIS, BOND MAGNET AND ALLOY POWDER FOR THIS

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To manufacture an alloy mass having a metallic structure with an excellent homogeneity by inhibiting formation of regions containing fine R-rich phase area in a cast R-T-B alloy mass, and to provide a rare-earth magnet showing excellent magnetic characteristics.

SOLUTION: In a process for manufacturing the rare earth-containing alloy flake through strip casting, a roll kneader for casting with a casting surface on which two or more mutually crossing linear irregularities are formed and which has a surface roughness of 3-30 μm in terms of ten-point average roughness (R_z), is used.



(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-43921

(P2004-43921A)

(43) 公開日 平成16年2月12日(2004.2.12)

(51) Int.Cl.⁷

F1

テーマコード(参考)

C22C 38/00

C22C 38/00 303D

4E004

B22D 11/00

B22D 11/00

D

4K017

B22D 11/06

B22D 11/06

330A

4K018

B22F 1/00

B22F 1/00

Y

5E040

B22F 9/04

B22F 9/04

E

審査請求 未請求 請求項の数 11 O L (全 15 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号

特願2002-205214 (P2002-205214)

(22) 出願日

平成14年7月15日(2002.7.15)

(71) 出願人 000002004

昭和電工株式会社

東京都港区芝大門1丁目13番9号

(74) 代理人 100118740

弁理士 柿沼 伸司

(72) 発明者 佐々木 史郎

埼玉県秩父市大字下影森1505番地 昭

和電工株式会社レアアース事業部生産・技
術統括部内

Fターム(参考) 4E004 DA12 NB07 QA01 SD10

4K017 AA04 BA06 BB01 BB04 BB05

BB06 BB07 BB08 BB09 BB11

BB12 CA03 DA04 EA03 EA08

EC02 EE02 EK07

4K018 AA27 BA18 BB06 GA04

5E040 AA04 BD01 CA01 HB17 NN01

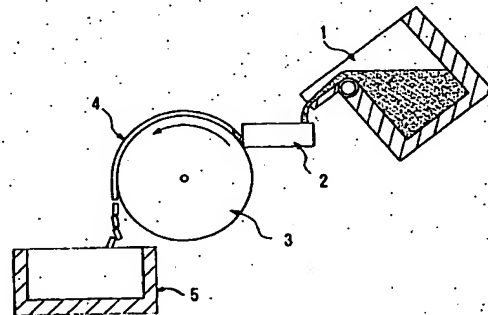
(54) 【発明の名称】 希土類含有合金薄片、その製造方法、希土類焼結磁石用合金粉末、希土類焼結磁石、ボンド磁石
用合金粉末およびボンド磁石

(57) 【要約】

【課題】 鋳造されたR-T-B系合金塊中での微細Rリッチ相領域の生成を抑制し、均質性に優れた組織を有する合金塊を製造する。そして磁石特性の優れた希土類磁石を提供する。

【解決手段】 ストリップキャスト法による希土類含有合金薄片の製造方法において、鋳造面に互いに交差するように複数の線状の凹凸が形成され、該鋳造面の表面粗さが十点平均粗さ(R_a)で3μm以上30μm以下である鋳造用回転ロールを用いる。

【選択図】 図4



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

厚さが 0.1 mm 以上 0.5 mm 以下であり、少なくとも片側の表面に互いに交差するように形成された複数の線状の凹凸を有し、線状の凹凸を有する面の表面粗さが十点平均粗さ (R_z) で $3\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $30\text{ }\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする希土類含有合金薄片。

【請求項 2】

希土類磁石用原料として使用される R-T-B 系（但し、R は Y を含む希土類元素のうち少なくとも 1 種、T は Fe を必須とする遷移金属、B は硼素である。）合金からなることを特徴とする請求項 1 に記載の希土類含有合金薄片。

【請求項 3】

合金中の微細 R リッチ相領域の体積率が 20% 以下であることを特徴とする請求項 2 に記載の希土類含有合金薄片。

【請求項 4】

ストリップキャスト法（SC 法）による希土類含有合金薄片的製造方法において、鑄造面に互いに交差するように複数の線状の凹凸が形成され、該鑄造面の表面粗さが十点平均粗さ (R_z) で $3\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $30\text{ }\mu\text{m}$ 以下である鑄造用回転ロールを用いることを特徴とする希土類含有合金薄片的製造方法。

【請求項 5】

希土類含有合金薄片が、厚さが 0.1 mm 以上 0.5 mm 以下であり、少なくとも片側の表面に互いに交差するように形成された複数の線状の凹凸を有し、線状の凹凸を有する面の表面粗さが十点平均粗さ (R_z) で $3\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $30\text{ }\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする請求項 4 に記載の希土類含有合金薄片的製造方法。

【請求項 6】

希土類含有合金薄片が、希土類磁石用原料として使用される R-T-B 系（但し、R は Y を含む希土類元素のうち少なくとも 1 種、T は Fe を必須とする遷移金属、B は硼素である。）合金からなることを特徴とする請求項 4 または 5 に記載の希土類含有合金薄片的製造方法。

【請求項 7】

合金中の微細 R リッチ相領域の体積率が 20% 以下であることを特徴とする請求項 6 に記載の希土類含有合金薄片的製造方法。

【請求項 8】

請求項 2 又は 3 に記載の希土類含有合金薄片に水素解砕工程を施し、その後にジェットミル粉砕することで作製される希土類焼結磁石用合金粉末。

【請求項 9】

請求項 8 に記載の希土類焼結磁石用合金粉末から粉末冶金法で製造される希土類焼結磁石。

【請求項 10】

請求項 2 又は 3 に記載の希土類含有合金薄片を用いて、HDDR 法で製造したボンド磁石用合金粉末。

【請求項 11】

請求項 10 に記載のボンド磁石用合金粉末を用いて作製されるボンド磁石。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、希土類含有合金薄片およびその製造方法に係り、特にストリップキャスト法により製造される希土類含有合金薄片およびその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

近年、希土類磁石用合金、特に Nd-Fe-B 系合金がその高特性から急激に生産量を伸ばしており、HD（ハードディスク）用、MRI（磁気共鳴映像法）用あるいは、各種モ

10

20

30

40

50

ーター用等に使われている。通常は、Ndの一部をPr、Dy等の他の希土類元素で置換したものや、Feの一部をCo、Ni等の他の遷移金属で置換したものが一般的であり、Nd-Fe-B系合金を含め、R-T-B系合金と総称されている。ここで、RはYを含む希土類元素のうち少なくとも1種である。また、TはFeを必須とする遷移金属であり、Feの一部をCoあるいはNiで置換することができ、添加元素としてCu、Al、Ti、V、Cr、Ga、Mn、Nb、Ta、Mo、W、Ca、Sn、Zr、Hfなどを1種または複数组み合わせて添加してもよい。Bは硼素であり、一部をCまたはNで置換できる。

【0003】

R-T-B系合金は、磁化作用に寄与する強磁性相である $R_2T_{14}B$ 相からなる結晶を主相とし、非磁性で希土類元素の濃縮した低融点のR-リッチ相が共存する合金で、活性な金属であることから一般に真空又は不活性ガス中で溶解や castingが行われる。また、鑄造されたR-T-B系合金塊から粉末冶金法によって焼結磁石を作製するには、合金塊を3 μm (FSSS: フィッシャーサブミクロンサイザーでの測定) 程度に粉碎して合金粉末にした後、磁場中でプレス成形し、焼結炉で約1000~1100℃の高温にて焼結し、その後必要に応じ熱処理、機械加工し、さらに耐食性を向上するためにメッキを施し、焼結磁石とするのが普通である。

10

【0004】

R-T-B系合金からなる焼結磁石において、R-リッチ相は、以下のような重要な役割を担っている。

20

- 1) 融点が低く、焼結時に液相となり、磁石の高密度化、従って磁化の向上に寄与する。
- 2) 粒界の凹凸を無くし、逆磁区のニュークリエーションサイトを減少させ保磁力を高める。
- 3) 主相を磁氣的に絶縁し保磁力を増加する。

従って、成形した磁石中のR-リッチ相の分散状態が悪いと局所的な焼結不良、磁性の低下をまねくため、成形した磁石中にR-リッチ相が均一に分散していることが重要となる。ここでR-リッチ相の分布は、鑄造された際のR-T-B系合金塊の組織に大きく影響される。

【0005】

また、R-T-B系合金の鑄造において生じるもう一つの問題は、鑄造された合金塊中に α -Feが生成することである。 α -Feは、合金塊を粉碎する際の粉碎効率の悪化をもたらす。また焼結後も磁石中に残存すれば、磁石の磁気特性の低下をもたらす。そこで従来の合金塊では、必要に応じ高温で長時間にわたる均質化処理を行い、 α -Feの除去を行っていた。

30

【0006】

この鑄造されたR-T-B系合金塊中に α -Feが生成する問題を解決するため、より速い冷却速度で合金塊を鑄造する方法として、ストリップキャスト法(SC法と略す。)が開発され実際の工程に使用されている。

SC法は内部が水冷された銅製の鑄造用回転ロール上にR-T-B系合金の溶湯を流し、0.1~1mm程度の薄片を鑄造することにより、合金を急冷凝固させるものであり、 α -Feの析出を抑制することができる。さらに合金塊の結晶組織が微細化するため、R-リッチ相が微細に分散した組織を有する合金を生成することが可能となる。このように、SC法で鑄造されたR-T-B系合金は、内部のR-リッチ相が微細に分散しているため、粉碎、焼結後の磁石中のR-リッチ相の分散性も良好となり、磁石の磁気特性の向上に成功している。(特開平5-222488号公報、特開平5-295490号公報)

40

【0007】

またSC法により鑄造されたR-T-B系合金塊は、組織の均質性も優れている。組織の均質性は、結晶粒径やR-リッチ相の分散状態で比較することが出来る。SC法で作製した合金薄片では、合金薄片の鑄造用ロール側(以降、鑄型面側とする)にチル晶が発生することもあるが、全体として急冷凝固でもたらされる適度に微細で均質な組織を得ることが

50

出来る。

【0008】

以上のように、SC法で鑄造したR-T-B系合金は、Rリッチ相が微細に分散し、 α -Feの生成も抑制されているため、焼結磁石を作製する場合には、最終的な磁石中のRリッチ相の均質性が高まり、また α -Feに起因する粉碎、磁性への弊害を防止することができる。このように、SC法で鑄造したR-T-B系合金塊は、焼結磁石を作製するため優れた組織を有している。しかし、磁石の特性が向上するにつれて、ますます原料合金塊の組織に均質性の向上が求められるようになってきている。

【0009】

そのため、例えば特開平10-317110号公報には、鑄造されたR-T-B系合金の鑄型面側のチル晶の面積比率を5%以下にすることで、磁石特性の良好な焼結磁石を作製している技術が開示されている。チル晶部は粉碎工程で粒径 $1\mu\text{m}$ 以下の微細粉末となるため、合金粉末の粒度分布を乱し、磁性を悪化させると考えられている。

【0010】

先に本発明者らは、鑄造されたR-T-B系合金塊の組織と、水素解砕や微粉碎の際の挙動との関係を研究した結果、焼結磁石用の合金粉末の粒度を均一に制御するためには、合金塊の結晶粒径よりもRリッチ相の分散状態を制御することが重要であることを見出した(特願2001-383989号)。そして、合金塊中のチル晶の体積率は現実には数%以下であり、チル晶による弊害よりも、合金塊中の鑄型面側に生成されるRリッチ相の分散状態が極端に細かな領域(微細Rリッチ相領域)の方が、磁石用粉末の粒度を制御するためには影響が大きいことを見出した。すなわち、合金塊の組成や製造条件によりR-T-B系合金塊中のチル晶を少なくした場合でも、微細Rリッチ相領域の体積率が50%を超える場合もあること、そしてこの微細Rリッチ相領域が磁石用合金粉末の粒度分布を乱すことを確認し、微細Rリッチ相領域を減少させることが磁石特性を向上させるために必要であることを確認した。

【0011】

そして、SC法における鑄造条件、特に鑄造用回転ロールの表面状態を変更し、R-T-B系合金薄片中の微細Rリッチ相領域が生成する体積率を比較した。すると合金薄片の鑄型面側表面の表面粗さと微細Rリッチ相領域が生成する体積率に関係があることを見出し、微細Rリッチ相領域が20%以下である組織の均質性に優れた合金薄片の製造を可能とした。

【0012】

【発明が解決しようとする課題】

上記の特願2001-383989号に示す方法で、微細Rリッチ相領域を減少させ、組織を均質化することは、ある程度可能である。しかし、鑄造ロールの表面状態以外にも組織に影響をもたらす様々な要因が存在するため、実際のR-T-B系合金の製造ではそれらの要因をすべて管理することは困難であり、合金の一部に微細Rリッチ相領域が生成することがある。そこで本発明は、鑄造されたR-T-B系合金塊中での微細Rリッチ相領域の生成を従来の方法より効果的に抑制し、均質性に優れた組織を有する合金塊を製造する方法を提供する。そして、磁石中のRリッチ相の分布の均質性をさらに高め、磁石特性の優れた希土類磁石を提供することを目的とする。

【0013】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、SC法における鑄造用回転ロールの表面状態を変更し、R-T-B系合金薄片中の微細Rリッチ相領域が生成する体積率を比較した。すると合金薄片の鑄型面側表面の表面粗さに加え、その凹凸の形状と微細Rリッチ相領域が生成する体積率に関係があることを見出した。本発明は、本発明者らが上記の知見に基づき為したものである。

【0014】

すなわち本発明は、

(12) 厚さが0.1mm以上0.5mm以下であり、少なくとも片側の表面に互いに交

10

20

30

40

50

差するように形成された複数の線状の凹凸を有し、線状の凹凸を有する面の表面粗さが十点平均粗さ (R_z) で $3\mu\text{m}$ 以上 $30\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする希土類含有合金薄片。

(2) 希土類磁石用原料として使用される R-T-B 系 (但し、R は Y を含む希土類元素のうち少なくとも 1 種、T は Fe を必須とする遷移金属、B は硼素である。) 合金からなることを特徴とする上記 (1) に記載の希土類含有合金薄片。

(3) 合金中の微細 R リッチ相領域の体積率が 20 % 以下であることを特徴とする上記 (2) に記載の希土類含有合金薄片。

(4) ストリップキャスト法 (SC 法) による希土類含有合金薄片の製造方法において、
10 铸造面に互いに交差するように複数の線状の凹凸が形成され、該铸造面の表面粗さが十点平均粗さ (R_z) で $3\mu\text{m}$ 以上 $30\mu\text{m}$ 以下である铸造用回転ロールを用いることを特徴とする希土類含有合金薄片の製造方法。

(5) 希土類含有合金薄片が、厚さが 0.1 mm 以上 0.5 mm 以下であり、少なくとも片側の表面に互いに交差するように形成された複数の線状の凹凸を有し、線状の凹凸を有する面の表面粗さが十点平均粗さ (R_z) で $3\mu\text{m}$ 以上 $30\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする上記 (4) に記載の希土類含有合金薄片の製造方法。

(6) 希土類含有合金薄片が、希土類磁石用原料として使用される R-T-B 系 (但し、R は Y を含む希土類元素のうち少なくとも 1 種、T は Fe を必須とする遷移金属、B は硼素である。) 合金からなることを特徴とする上記 (4) または (5) に記載の希土類含有合金薄片の製造方法。
20

(7) 合金中の微細 R リッチ相領域の体積率が 20 % 以下であることを特徴とする上記 (6) に記載の希土類含有合金薄片の製造方法。

(8) 上記 (2) 又は (3) に記載の希土類含有合金薄片に水素解砕工程を施し、その後
にジェットミル粉碎することで作製される希土類焼結磁石用合金粉末。

(9) 上記 (8) に記載の希土類焼結磁石用合金粉末から粉末冶金法で製造される希土類焼結磁石。

(10) 上記 (2) 又は (3) に記載の希土類含有合金薄片を用いて、HDDR 法で製造した
ボンド磁石用合金粉末。

(11) 上記 (10) に記載のボンド磁石用合金粉末を用いて作製されるボンド磁石。
である。
30

【0015】

【発明の実施の形態】

従来の SC 法により铸造された Nd-Fe-B 系合金 (Nd 31.5 質量%) の薄片の断面を SEM (走査電子顕微鏡) にて観察した時の反射電子像を図 1 に示す。図 1 で左側が
40 鋳型面側、右側が自由面側である。なお、この合金薄片の鋳型面側表面の表面粗さは十点平均粗さ (R_z) で $3.4\mu\text{m}$ であり、該表面には直線状の凹凸がある方向にほぼ平行に付いていた。

図 1 で白い部分が、Nd-リッチ相 (R が Nd になっているため R-リッチ相を Nd-リッチ相と呼ぶ。) で、合金薄片の中央部から自由面側 (铸造面側と反対側の表面) では、
厚さ方向にラメラ状に伸びるか、ラメラが分断したような方向性を持った形の小さな
40 プールを形成している。しかし、鋳型面側には Nd-リッチ相が他の部位よりも極端に微細な粒状で、かつランダムに存在する領域が生成しており、これを本発明者らは微細 R リッチ相領域 (R の主成分が Nd の際は微細 Nd リッチ相領域とも呼ぶ) と名づけ、特に区別することとした。この微細 R リッチ相領域は通常鋳型面側から始まり、中央方向へ広がっている。これに対し中央部から自由面側にかけての微細 R リッチ相領域が存在しない部分を、ここでは正常部と呼ぶこととする。

【0016】

焼結磁石作製時の R-T-B 系合金薄片の水素解砕工程において、水素は R リッチ相から
50 吸収され、膨張し脆い水素化物となる。したがって、水素解砕では、合金中に R リッチ相に沿った、或いは R リッチ相を起点とした微細なクラックが導入される。その後の微粉碎

工程で、水素解砕で生成した多量の微細クラックをきっかけに合金が壊れるため、合金中のRリッチ相の分散が細かいほど微粉碎後の粒度は細くなる傾向がある。したがって、微細Rリッチ相領域は、正常部よりも細かく割れる傾向が強く、例えば正常部から製造された合金粉末では、平均粒度がFSSS（フィッシャー サブ シーズ サイザー）での測定で $3\mu\text{m}$ 程度であるのに対して、微細Rリッチ相領域から製造された合金粉末では、 $1\mu\text{m}$ 以下の微粉を含む割合が高いため、微粉碎後の粒度分布が広くなることになる。

【0017】

R-T-B系合金中のRリッチ相の分散状態は、鑄造時における溶湯が凝固した後の冷却速度の制御、或いは熱処理によって制御可能であることは特開平09-170055号公報、或いは特開平10-36949号公報に記載されている。しかし、凝固後の冷却速度、或いは熱処理による微細Rリッチ相領域内部のRリッチ相の変化の挙動は、正常部と異なり制御が困難であり、Rリッチ相の分散が粗くなりにくく、微細なままである。

【0018】

微細Rリッチ相領域の体積率は次のような方法で測定可能である。図3は図1と同じ視野の反射電子線像であるが、微細Rリッチ相領域と正常部の境界に線を引いたものである。両領域の境界は、Rリッチ相の分散状態から容易に判断できるため、画像解析装置を用いてその視野の微細Rリッチ相領域の面積率を計算することが出来る。断面での面積率は、合金中での体積率に対応する。なお、微細Rリッチ相領域の体積率の測定において、同時に鑄造された合金薄片であっても、微細Rリッチ相領域の量の変化は、薄片間同士、また同じ薄片内でも大きい。そのため、50～100倍程度の低倍率で観察視野を広げた上で、5～10枚程度の薄片を測定しその平均を取ることで、その合金全体の微細Rリッチ相領域の体積率を計算することが出来る。

【0019】

本発明のR-T-B系合金薄片（Nd31.5質量%）の断面の反射電子線像を図2に示す。図2で左側が鑄型面側、右側が自由面側である。本発明の合金薄片の特徴は、ストリップキャスト法で製造された薄片において、鑄型面側の表面粗さを制御すると同時に、該表面の線状の凹凸を互いに交差するように形成することによって、微細Rリッチ相領域の生成が抑制されていることである。図2に示す合金薄片の鑄型面側の表面粗さは $3.2\mu\text{m}$ と、図1の合金薄片とほぼ同じである。しかし、本発明の合金薄片では、鑄型面側に微細Rリッチ相領域は存在せず、鑄型面から自由面に渡ってRリッチ相の分散状態が極めて均質である。

【0020】

ストリップキャスト法で製造された合金薄片の鑄型面側表面の表面粗さと線状の凹凸の状態、微細Rリッチ相領域の関係は以下のように説明できる。

合金薄片の鑄型面側表面が平滑であるためには、鑄造用回転ロール表面が平滑で、合金溶湯との濡れ性が良好である必要がある。このような状態では、溶湯から鑄型への熱伝達が極めて良好（熱伝達係数が大きい）であり、合金の鑄型面側が過度に急冷される。微細Rリッチ相領域は、鑄型と溶湯の熱伝達係数が大きく合金の鑄型面側が過度に急冷される場合に生成される傾向が強いと考えられる。

【0021】

一方、鑄造用回転ロールの表面に細かな凸凹を形成すると、合金溶湯の粘性のため、溶湯は鑄造用回転ロール表面の細かな凸凹に完全には入り込めず、未接触の部分を生じ、熱伝達係数が低下する。その結果、合金の鑄型面側が過度に急冷されることがなくなり、微細Rリッチ相領域の生成が抑制できると考えられる。ここで鑄造用回転ロール表面の表面粗さを大きくすると、合金薄片の鑄型面側に多少なりともその凸凹が転写されるため、合金薄片の鑄型面側表面の表面粗さも当然大きくなる。鑄型面側表面が適当な表面粗さを有する合金薄片で、Rリッチ相の生成が抑制される原因は、上記のように溶湯が凝固する時の過度の熱伝達が抑制されているためと推定される。

【0022】

ここで、さらに凹凸の形状に注目すると、それが互いに交差しない線状であった場合、溶

10

20

30

40

50

湯とロールの接触部、非接触部のそれぞれが、線状の凹凸に沿って連続的に存在する傾向がある。したがって、内部組織もその凹凸に沿って連続性を有する傾向にある。その場合、ある線状の凹凸部に何らかの原因で、微細Rリッチ相領域を生成すると、その線状の凹凸部の全体に渡って、微細Rリッチ相領域が生成される危険性が高くなる。

【0023】

しかし、線状の凹凸が互いに交差していると、表面の凹凸が分断されるだけでなく、その交差部で合金の内部組織の連続性も途切れることとなる。さらにこの交差部では、線状の凸部も必ず凹部で切られることになる。この凸部は、溶湯と鑄造ロール表面との接触が良好となるため熱伝達係数が大きくなり、急冷凝固による微細Rリッチ相領域が生成されやすいと考えられる。したがって、微細Rリッチ相が生成されたとしても、その拡大を防止する効果がある。 10

【0024】

本発明のストリップキャスト法による希土類含有合金薄片の製造方法では、鑄造面に互いに交差するように複数の線状の凹凸が形成され、該鑄造面の表面粗さが十点平均粗さ（ R_z ）で $3\mu\text{m}$ 以上 $30\mu\text{m}$ 以下である鑄造用回転ロールを用いる。その結果、少なくとも片側の表面に互いに交差するように形成された複数の線状の凹凸を有し、線状の凹凸を有する面の表面粗さが十点平均粗さ（ R_z ）で $3\mu\text{m}$ 以上 $30\mu\text{m}$ 以下である希土類含有合金薄片を製造することが出来る。本発明によれば、従来の方法よりも表面粗さが小さくても、微細Rリッチ相の生成を抑制することができ、組織の均質化の効果を得ることが出来る。また、鑄造用回転ロールの表面粗さを小さくすると、ロール表面を調整する際の切削量を削減出来るため、鑄造用回転ロールの寿命増加を可能とする。また、表面粗さの相違による影響を受けにくいいため、ロール表面状態の管理基準を簡素化することも可能である。 20

【0025】

従来のSC法でも図2に示すような均質な組織を有する合金薄片はある程度含まれていたが、図1に示すような微細Rリッチ相領域を多量に含んだ薄片も同時に生成されてしまうため、結果として合金全体での組織の均質性に問題を生じていた。このような従来のSC法で作製した合金組織のばらつきは、微妙な鑄造用回転ロールの表面状態、溶湯の供給状態、雰囲気など、ロール表面と溶湯との接触状態の違いに起因するものと考えられる。鑄造用回転ロール表面に形成した凸凹は、溶湯が凝固する時の過度の熱伝達を抑制し、微細Rリッチ相領域の生成を再現良く抑制することができる。 30

さらに本発明では、鑄造用回転ロールの表面の凹凸の形状を互いに交差する線状とすることによって、微細Rリッチ相領域の生成を抑制する効果を高めたため、比較的小さな表面粗さでも効果を得ることができた。その結果、図2に示すような均質な組織を有する合金薄片の収率をより一層大きくすることができた。

【0026】

さらに本発明の詳細を説明する。

（1）ストリップキャスト法（SC法）

本発明は希土類含有合金薄片に関するものである。ここでは、R-T-B系合金のストリップキャスト法による鑄造について説明する。 40

図4にストリップキャスト法による鑄造に用いる装置の模式図を示す。通常、R-T-B系合金は、その活性な性質のため真空または不活性ガス雰囲気中で、耐火物ルツボ1を用いて溶解される。溶解された合金の溶湯は $1350\sim 1500^\circ\text{C}$ で所定の時間保持された後、必要に応じて整流機構、スラグ除去機構を設けたタンディッシュ2を介して、内部を水冷された鑄造用回転ロール3に供給される。溶湯の供給速度と回転ロールの回転数は、求める合金の厚さに応じて適当に制御させる。一般に回転ロールの回転数は、周速度にして $1\sim 3\text{m/s}$ 程度である。鑄造用回転ロールの材質は、熱伝導性がよく入手が容易である点から銅、或いは銅合金が適当である。回転ロールの材質やロールの表面状態によっては、鑄造用回転ロールの表面にメタルが付着しやすいため、必要に応じて清掃装置を設置すると、鑄造されるR-T-B系合金の品質が安定する。回転ロール上で凝固した合金4 50

はタンディッシュの反対側でロールから離脱し、捕集コンテナ5で回収される。この捕集コンテナに加熱、冷却機構を設けることで正常部のRリッチ相の組織の状態を制御できる。

【0027】

本発明の希土類含有合金薄片の厚さは、0.1mm以上0.5mm以下とするのが好ましい。合金薄片の厚さが0.1mmより薄いと凝固速度が過度に増加し、結晶粒径が細くなりすぎ、磁石化工程での微粉碎粒度近くになるため、磁石の配向率、磁化の低下を招くという問題がある。また合金薄片の厚さが0.5mmより厚いと凝固速度低下によるNd-rich相の分散性の低下、 α -Feの析出などの問題を招く。

【0028】

(2) 鋳造用回転ロールの鋳造面の表面粗さ

本発明においては、ストリップキャスト法でR-T-B系合金を鋳造する場合、鋳造用回転ロールの鋳造面の表面粗さを、十点平均粗さ(R_z)で $3\mu\text{m}$ 以上 $30\mu\text{m}$ 以下とする。

ここで表面粗さとは、JIS B 0601「表面粗さの定義と表示」に示される条件で測定したもので、十点平均粗さ(R_z)もその中に定義されている。具体的にはまず、測定面に直角な平面で切断したときの切り口(断面曲線)から、所定の波長より長い表面うねり成分を位相補償型高域フィルタ等で除去した曲線(粗さ曲線)を求める。その粗さ曲線から、その平均線の方に基準長さだけ抜き取り、この抜き取り部分の平均線から、最も高い山頂から5番目までの山頂の標高(Y_p)の絶対値の平均値と、最も低い谷底から5番目までの谷底の標高(Y_v)の絶対値の平均値との和を十点平均粗さ(R_z)と呼ぶ。基準長さ等の測定パラメータは、表面粗さに対して標準値が上記JISで指定されている。

合金薄片の鋳型面側の表面粗さは、変動が大きい場合もあり、少なくとも5枚の薄片について測定し、その平均値を使用すべきである。

【0029】

(3) 鋳造用回転ロールの鋳造面の凹凸の形状

本発明では、鋳造面の表面粗さが主として該表面に形成された複数の線状の凹凸によってもたらされるものであり、該線状の凹凸は互いに交差するように表面に形成されている。凹凸が線状であった場合、溶湯とロールの接触部、非接触部のそれぞれが、線状の凹凸に沿って連続的に存在する傾向がある。したがって、内部組織もその凹凸に沿って連続性を有する傾向にある。その場合、ある線状の凹凸部に何らかの原因で、微細Rリッチ相領域を生成すると、その線状部の全体に渡って、微細Rリッチ相領域が生成される危険性が高くなる。

しかし、線状の凹凸が互いに交差していると、表面の凹凸が分断されるだけでなく、その交差部で内部組織の連続性も途切れることとなり、微細Rリッチ相が生成されたとしても、その拡大を防止する効果がある。

【0030】

本発明では、互いに交差するように存在する線状の凹凸の効果で、表面粗さが十点平均粗さ(R_z)で $3\mu\text{m}$ 以上 $30\mu\text{m}$ 以下と比較的小さくても、組織を均質化する効果を得ることが出来る。

しかし、表面粗さが $3\mu\text{m}$ 以下では凸凹の効果が得られず、鋳造用回転ロールの表面と合金溶湯との接触が良好なため、熱伝達係数が大きくなる。その結果、合金中に微細Rリッチ相領域を生成しやすくなる。

【0031】

鋳造用回転ロールの表面粗さが $30\mu\text{m}$ を超えると、凝固した合金薄片がロール表面に噛み込んで、剥がれ難くなり、タンディッシュを破壊するなどのトラブルの原因となることがある。そのため鋳造用回転ロールの表面粗さは、 $30\mu\text{m}$ 以下とする。

【0032】

(4) 希土類含有合金薄片の表面粗さと凹凸の形状

10

20

30

40

50

本発明においては、希土類含有合金薄片の少なくとも片面の表面粗さが、十点平均粗さ (R_z) で $3\mu\text{m}$ 以上 $30\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とし、この表面粗さが主として該表面に形成された複数の線状の凹凸によってもたらされるものであり、該線状の凹凸は互いに交差するように表面に形成されていることを特徴とする。

表面に上記の粗さの凸凹が形成される面は、ストリップキャスト法で鋳造する際に凝固が始まる鋳型面側表面であり、回転ロールの表面の凸凹が反映された表面となる。上記した通り、この表面の表面粗さが $3\mu\text{m}$ 以下では、微細 R リッチ相領域が生成する体積率が大きくなり、合金中の R リッチ相の分散状態の不均一をもたらす。その結果、焼結磁石の製造工程で微粉碎後の合金粉末の粒度分布を広くし、磁石の特性を悪化するため好ましくない。一方、 $30\mu\text{m}$ 以上では合金の鋳造の過程で問題を生じやすい。本発明において合金薄片の片面の表面粗さは、 $3\mu\text{m}$ 以上 $30\mu\text{m}$ 以下とする。

10

【0033】

(5) 合金中の微細 R リッチ相領域の体積率

本発明では、R-T-B 系合金中の微細 R リッチ相領域の体積率は 20% 以下となる。その結果、焼結磁石の製造工程で、微粉碎後の合金粉末の粒度分布が狭く揃ったものになるため、特性にバラツキのない均質な焼結磁石を得ることができる。

【0034】

(6) 希土類焼結磁石用合金粉末および希土類焼結磁石の製造方法

本発明により鋳造した磁石用原料の R-T-B 系合金からなる希土類含有合金薄片からは、粉碎、成型、焼結の工程を経て、高特性の異方性焼結磁石を製造することができる。

20

【0035】

合金薄片の粉碎は、通常、水素解砕、微粉碎の順で行なわれ、 $3\mu\text{m}$ (FSSS) 程度の合金粉末が作製される。ここで、水素解砕は、前工程の水素吸蔵工程と後工程の脱水素工程に分けられる。水素吸蔵工程では、 $266\text{hPa} \sim 0.3\text{MPa}$ の圧力の水素ガス雰囲気中で、主に合金薄片の R-リッチ相に水素を吸蔵させ、この時に生成される R-水素化物により R-リッチ相が体積膨張することを利用して、合金薄片自体を微細に割るかあるいは無数の微細な割れ目を生じさせる。この水素吸蔵は常温 $\sim 600^\circ\text{C}$ 程度の範囲で実施されるが、R-リッチ相の体積膨張を大きくして効率良く割るためには、水素ガス雰囲気中の圧力を高くすると共に、常温 $\sim 100^\circ\text{C}$ 程度の範囲で実施することが好ましい。好ましい処理時間は 1 時間以上である。この水素吸蔵工程により生成した R-水素化物は大気中では不安定であり酸化され易いため、水素吸蔵処理の後、 $200 \sim 600^\circ\text{C}$ 程度で 1.33hPa 以下の真空中に合金薄片を保持する脱水素処理を行なうことが好ましい。この処理により、大気中で安定な R-水素化物に変化させることができる。脱水素処理の好ましい処理時間は 30 分以上である。水素吸蔵後から焼結までの各工程で酸化防止のための雰囲気管理がなされている場合は、脱水素処理を省くこともできる。

30

【0036】

本発明のストリップキャスト法により製造された R-T-B 系合金薄片は、R リッチ相が均一に分散していることが特徴である。好ましい R リッチ相の間隔の平均値は、磁石の製造工程での粉碎粒度に依存するが、一般に $3\mu\text{m}$ から $8\mu\text{m}$ である。水素解砕では、R リッチ相に沿って、或いは R リッチ相を起点にして合金内にクラックが導入される。したがって、水素解砕してから微粉碎することで、合金中に均一かつ微細に分散した R リッチ相の効果を最大限に引き出すことが可能であり、非常に粒度分布の狭い合金粉末を効率良く生産することが可能である。この水素解砕の工程を行わずに焼結磁石を作製した場合、作製された焼結磁石の特性は劣ったものとなる。(M. Sagawa et al. Proceeding of the 5th international conference on Advanced materials, Beijing China (1999))

40

【0037】

微粉碎とは、R-T-B 系合金薄片を $3\mu\text{m}$ (FSSS) 程度まで粉碎することである。微粉碎のための粉碎装置としては、生産性が良く、狭い粒度分布を得られることから、ジ

50

ジェットミル装置が最適である。本発明の微細Rリッチ相領域の少ない合金薄片を利用すれば、粒度分布が狭い合金粉末を高効率で安定性良く作製することができる。

微粉碎を行う際の雰囲気は、アルゴンガスや窒素ガスなどの不活性ガス雰囲気とする。これらの不活性ガス中に2質量%以下、好ましくは1質量%以下の酸素を混入させてもよい。このことにより粉碎効率が向上するとともに、粉碎後の合金粉末の酸素濃度を1000~10000ppmとすることができ、合金粉末を適度に安定化させることができる。また同時に、磁石を焼結する際の結晶粒の異常成長を抑制することもできる。

【0038】

上記の合金粉末を磁場中で成型する場合、合金粉末と金型内壁との摩擦を低減し、また粉末どうしの摩擦も低減させて配向性を向上させるため、合金粉末にはステアリン酸亜鉛等の潤滑剤を添加することが好ましい。好ましい添加量は0.01~1質量%である。潤滑材の添加は微粉碎前でも後でもよいが、磁場中成形前に、アルゴンガスや窒素ガスなどの不活性ガス雰囲気中でV型ブレンダー等を用いて十分に混合することが好ましい。

10

【0039】

3 μ m(FSSS)程度まで粉碎されたR-T-B系合金粉末は、磁場中成型機でプレス成型される。金型は、キャビティ内の磁界方向を考慮して、磁性材と非磁性材を組み合わせ作製される。成型圧力は0.5~2t/cm²が好ましい。成型時のキャビティ内の磁界は5~20kOeが好ましい。また、成型時の雰囲気はアルゴンガスや窒素ガスなどの不活性ガス雰囲気が好ましいが、上述の耐酸化処理した粉体の場合、大気中でも可能である。

20

また成形は、冷間静水圧成形(CIP: Cold Isostatic Press)或いはゴム型を利用した擬似静水圧プレス(RIP: Rubber Isostatic Press)でも可能である。CIPやRIPでは、静水圧的に圧縮されるため、成形時の配向の乱れが少なく、金型成形よりも配向率の増加が可能であり、最大磁気エネルギーを増加することができる。

【0040】

成型体の焼結は、1000~1100℃で行なわれる。焼結の雰囲気としては、アルゴンガス雰囲気または1.33 $\times 10^{-2}$ hPa以下の真空雰囲気が好ましい。焼結温度での保持時間は1時間以上が好ましい。また焼結の際には、焼結温度に到達する前に、成型体中の潤滑剤と合金粉末に含まれる水素はできるだけ除去しておく必要がある。潤滑剤の好ましい除去条件は、1.33 $\times 10^{-2}$ hPa以下の真空中または減圧したArフロー雰囲気中で、300~500℃で30分以上保持することである。また、水素の好ましい除去条件は、1.33 $\times 10^{-2}$ hPa以下の真空中で、700~900℃で30分以上保持することである。

30

【0041】

焼結が終了した後、焼結磁石の保磁力向上のため、必要に応じて500~650℃で熱処理することができる。この場合の好ましい雰囲気は、アルゴンガス雰囲気または真空雰囲気であり、好ましい保持時間は30分以上である。

【0042】

また、本発明で作製した微細Rリッチ領域の生成を抑制した希土類磁石用R-T-B系合金薄片は、焼結磁石以外に、ボンド磁石の作製のためにも好適に用いることができる。以下に、本発明の希土類磁石用合金薄片からボンド磁石を作製する場合について説明する。

40

【0043】

本発明のR-T-B系合金薄片は、まず必要に応じて熱処理される。熱処理の目的は、合金中の α -Feの除去と結晶粒の粗大化である。ボンド磁石のための合金粉末の作製には、HDDR(Hydrogenation Disproportionation Desorption Recombination)処理を行うが、合金中に存在する α -FeはHDDR処理工程では消去させることができず、磁性を低下させる原因となる。そのため、 α -FeはHDDR処理を行う前に消去しておく必要がある。

【0044】

50

また、ボンド磁石用の合金粉末の平均粒径は $50 \sim 300 \mu\text{m}$ と焼結磁石用の合金粉末と比較すると非常に大きい。HDDR法では、元の合金の結晶方位と、再結合したサブミクロンの結晶粒の方位がある一定の分布を持って一致する。そのため、原料の合金薄片中にある二つ以上の結晶方位の異なる結晶粒が、一つのボンド磁石用合金粉末に含まれてしまうと、合金粉末中に結晶方位が大きく異なる領域を含むこととなり、磁石の配向率が低下し、最大磁気エネルギー積が低下する。これを避けるためには、合金薄片中の結晶粒径は、大きい方が都合が良い。ストリップキャスト法のような急冷凝固法で鑄造した合金では、結晶粒径が比較的小さくなる傾向があるため、熱処理による結晶粒の粗大化はボンド磁石の特性の向上に有効である。

【0045】

HDDR法によるボンド磁石用合金粉末の製造方法については、多くの報告がある（例えば、T. Takeshita et al, Proc. 10th Int. Workshop on RE magnets and their application, Kyoto, Vol. 1 p551 (1989)）。HDDR法による合金粉末の作製は、以下のように行われる。

10

【0046】

原料のR-T-B系合金薄片を水素雰囲気中で加熱すると、 700°C から 850°C 程度で磁性相の $\text{R}_2\text{T}_{14}\text{B}$ 相が $\alpha\text{-Fe}$ 、 RH_2 、 Fe_2B の3相に分解する。次いで同程度の温度で、不活性ガス雰囲気、或いは真空雰囲気に切り替えて水素を除去すると、分解していた相がサブミクロン程度の結晶粒径を有する $\text{R}_2\text{T}_{14}\text{B}$ 相に再結合する。この際、合金の組成や処理条件を適当に制御すると、再結合した各 $\text{R}_2\text{T}_{14}\text{B}$ 相の磁化容易軸（ $\text{R}_2\text{T}_{14}\text{B}$ 相C軸）は、分解前の原料合金中の $\text{R}_2\text{T}_{14}\text{B}$ 相のC軸とほぼ平行となり、各微細結晶粒の磁化容易軸方向が揃った異方性磁石粉とすることができる。

20

【0047】

HDDR処理を施した合金は、 $50 \sim 300 \mu\text{m}$ 程度に粉砕し合金粉末とした後、樹脂と混合して圧縮成形、射出成形などを施しボンド磁石とすることができる。

【0048】

微細Rリッチ相領域は上記した水素解砕処理同様に、HDDR処理の際にも微粉化する傾向が強い。HDDR法による磁粉の特性は、粒度が小さくなるとともに低下する。そのため、本発明の微細Rリッチ相の生成を抑制したR-T-B系合金は、HDDR処理でのボンド磁石用磁粉の作製に好適に用いることができる。

30

【0049】

最近、SC法による希土類合金の製造において、鑄造用回転ロールの外周面の表面粗さの Sm/Ra と Sm をある範囲に制御して、合金組織の均質性を改善した報告がなされた（特開2002-59245号公報、特開平9-1296号公報）。しかし、それらはストリップの幅方向での組織変化の抑制を目的とし、ストリップ端部での冷却速度の低下を防止しようとするものである。また、表面粗さをもたらす凹凸の形状に付いては、特に定めていない。

一方、本発明は合金薄片の厚さ方向、すなわちロール面側から自由面側への組織変化を抑制し、組織の均質化を図るものであり、均質性の尺度として微細Rリッチ相領域を導入し、具体的な体積率を明示したものであり、特開2002-59245号公報或いは特開平9-1296号公報の発明とは、全く異なっている。

40

【0050】

【実施例】

（実施例1）

合金組成が、Nd：31.5質量%、B：1.00質量%、Co：1.0質量%、Al：0.30質量%、Cu：0.10質量%、残部鉄になるように、金属ネオジウム、フェロボロン、コバルト、アルミニウム、銅、鉄を配合した原料を、アルミナ坩堝を使用して、アルゴンガスで1気圧の雰囲気中で、高周波溶解炉で溶解し、溶湯をストリップキャスト法にて鑄造して、合金薄片を作製した。

50

鑄造用回転ロールの直径は300mm、材質は純銅で、内部は水冷されており、鑄造面の表面粗さは十点平均粗さ(R_z)で4.0μmに調整した。この際の表面粗さは、主に鑄造面に付与された線状の互いに交差するような無秩序の方向の凹凸によってもたらされた。鑄造時のロールの周速度は1.0m/sで、平均厚さ0.30mmの合金薄片を生成した。

【0051】

得られた合金薄片の鑄型面側表面の表面粗さは、十点平均粗さ(R_z)で4.6μmであり、互いに交差するような線状の凹凸を有していた。合金薄片を10枚埋め込み、研磨した後、走査型電子顕微鏡(SEM)で各合金薄片について反射電子線像(BEI)を倍率100倍で撮影した。撮影した写真を画像解析装置に取り込み測定したところ、微細Rリッチ相領域の体積率は、3%以下であった。

10

【0052】

(比較例1)

実施例1と同様の組成に原料を配合し、実施例1と同様にして溶解およびSC法による鑄造を実施した。但し、鑄造用回転ロール表面の表面粗さは十点平均粗さ(R_z)で4.0μmであり、ロールの回転方向にほぼ平行な線状の凹凸を有し、それに交差するような凹凸は実質的には存在しなかった。

得られた合金薄片を実施例1と同様に評価した結果、鑄型面側表面の表面粗さは十点平均粗さ(R_z)で4.5μmであり、微細Rリッチ相領域の体積率は、25%であった。

【0053】

20

(比較例2)

実施例1と同様の組成に原料を配合し、実施例1と同様にして溶解およびSC法による鑄造を実施した。但し、鑄造用回転ロール表面の表面粗さは十点平均粗さ(R_z)で100μmであり、実施例1と同様にその表面粗さは主に互いに交差するような線状の凹凸によってもたらされていた。

すると、鑄造途中でメタルの一部がロールから離脱しないまま1周して、タンディッシュに接触、その前端を破壊した為、鑄造作業を中止した。

【0054】

次に焼結磁石を作製した実施例を説明する。

(実施例2)

30

実施例1で得られた合金薄片を水素解砕し、ジェットミルで微粉碎した。水素解砕工程の前工程である水素吸蔵工程の条件は、100%水素雰囲気、2気圧で1時間保持とした。水素吸蔵反応開始時の金属片の温度は25℃であった。また後工程である脱水素工程の条件は、0.133hPaの真空中で、500℃で1時間保持とした。この粉末に、ステアリン酸亜鉛粉末を0.07質量%添加し、100%窒素雰囲気中でV型ブレンダーで十分混合した後、ジェットミル装置で微粉碎した。粉碎時の雰囲気は、4000ppmの酸素を混合した窒素雰囲気中とした。その後、再度、100%窒素雰囲気中でV型ブレンダーで十分混合した。得られた粉体の酸素濃度は2500ppmで、粉体の炭素濃度の分析から、粉体に混合されているステアリン酸亜鉛粉末は0.05質量%であると計算された。また、レーザー回折式粒度分布測定機で測定した結果、平均粒度D₅₀は5.00μm、D₁₀は1.98μm、D₉₀は8.51μmであった。

40

【0055】

次に、得られた粉体を100%窒素雰囲気中で横磁場中成型機でプレス成型した。成型圧は1.2t/cm²であり、金型のキャビティ内の磁界は15kOeとした。得られた成型体を、1.33×10⁻⁵hPaの真空中、500℃で1時間保持し、次いで1.33×10⁻⁵hPaの真空中、800℃で2時間保持した後、さらに1.33×10⁻⁵hPaの真空中、1050℃で2時間保持して焼結させた。焼結密度は7.5g/cm³以上であり十分な大きさの密度となった。さらに、この焼結体をアルゴン雰囲気中、560℃で1時間熱処理し、焼結磁石を作製した。

【0056】

50

直流BHカーブトレーサーでこの焼結磁石の磁気特性を測定した結果を表1に示す。また、焼結磁石の原料の微粉の酸素濃度と粒度も表1に示す。

【0057】

(比較例3)

比較例1で得られた合金薄片を、実施例2と同様の方法で粉碎して微粉を得た。さらに実施例2と同様の成型、焼結の工程を経て、焼結磁石を作製した。

【0058】

本比較例3で作製した焼結磁石の磁気特性を、直流BHカーブトレーサーで測定した結果を表1に示す。また、本比較例3の焼結磁石の原料の微粉の酸素濃度と粒度も表1に示す。

【0059】

【表1】

	微粉				磁石		
	酸素濃度	粒度(μm)			Br	iHc	(BH)max
	(ppm)	D10	D50	D90	(kG)	(kOe)	(MGOe)
実施例2	2400	2.0	5.0	8.5	13.6	14.5	44.5
比較例3	3000	1.6	5.0	8.8	13.5	13.8	43.5
実施例3	—	—	—	—	9.1	13.4	18.0
比較例4	—	—	—	—	9.1	12.7	17.3

【0060】

表1に示すように、比較例3では実施例2と比較してD10が小さいことから、 $1\mu\text{m}$ 程度より小さい非常に細かい粉末の割合が大きい事がわかる。このような非常に細かい粒は酸化しやすく、比較例3では実施例2よりも微粉の酸素濃度が若干高くなっている。比較例3の磁石の磁気特性が実施例2と比較して低い原因は、酸素濃度増加と結晶組織の不均質性が主因と考えられる。

【0061】

次にボンド磁石を作製した実施例を説明する。

(実施例3)

合金組成が、Nd28.5%、B:1.00質量%、Co:10.0質量%、Ga:0.5質量%、残部鉄になるように原料を配合し、実施例1と同様の条件でSC法により合金薄片を鋳造した。

得られた合金薄片を実施例1と同様に評価した結果、鋳型面側表面の表面粗さは十点平均粗さ(Rz)で $4.3\mu\text{m}$ 、微細Rリッチ相領域の体積率は3%以下であり、 $\alpha\text{-Fe}$ は含んでいなかった。

【0062】

上記の合金薄片を1気圧の水素中、 820°C で1時間保持した後、同温度で真空中で1時間保持するHDDR処理を実施した。得られた合金粉を $150\mu\text{m}$ 以下にブラウンミルで粉碎し、2.5質量%のエポキシ樹脂を加えて1.5Tの磁場を加えて圧縮成形してボンド磁石を得た。得られたボンド磁石の磁気特性を表1に示す。

【0063】

(比較例4)

実施例3と同様の組成に原料を配合し、比較例1と同様にして溶解およびSC法による鋳造を実施した。得られた合金薄片を実施例1と同様に評価した結果、鋳型面側表面の表面粗さは十点平均粗さ(Rz)で $4.8\mu\text{m}$ 、微細Rリッチ相領域の体積率は、30%であった。

【0064】

次いで、本比較例4で得られた合金薄片を用いて、実施例3と同様の方法でボンド磁石を

10

20

30

40

50

作製した。得られたボンド磁石の磁気特性を表 1 に示す。

【 0 0 6 5 】

表 1 から本実施例 3 と比較例 4 のボンド磁石では、本実施例 3 の磁気特性が優れていることがわかる。比較例 4 では、微細 R リッチ領域の体積率が高く、HDDR 処理、または粉碎後に $50\mu\text{m}$ 以下の比較的細かい粒の量が多いために、磁性が低いものと推定できる。

【 0 0 6 6 】

【発明の効果】

本発明の R-T-B 系合金薄片は、微細 R リッチ領域の体積率が少なく、合金中の R リッチ相の分散状態の均質性が、従来の SC 法により製造した合金薄片よりもさらに良好である。そのため、本発明の R-T-B 系合金薄片から製造した焼結磁石や HDDR 法によるボンド磁石は、従来のものよりも優れた磁石特性を発現する。

10

【図面の簡単な説明】

【図 1】従来の SC 法で製造した微細 R リッチ相を含む希土類磁石用合金薄片の断面組織を示す図である。

【図 2】本発明に係る希土類磁石用合金薄片の断面組織を示す図である。

【図 3】図 1 の断面組織における微細 R リッチ領域と正常部との境界に線を引いた図である。

【図 4】ストリップキャスト法の casting 装置の模式図である。

【符号の説明】

- 1 耐火物ルツボ
- 2 タンディッシュ
- 3 铸造用回転ロール
- 4 合金
- 5 捕集コンテナ

20

【図 1】

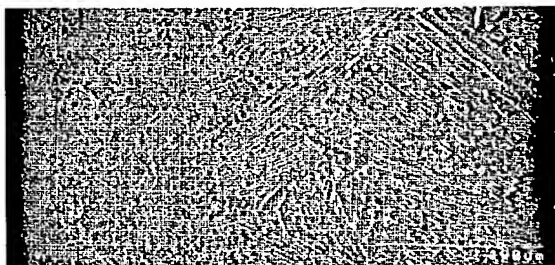


図 1. 左：鑄型面側、右自由面側

【図 3】

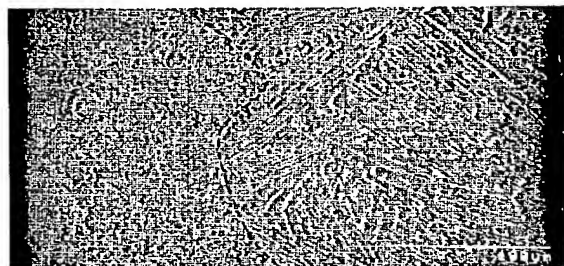


図 3. 点線から左側が微細 R リッチ領域

【図 2】

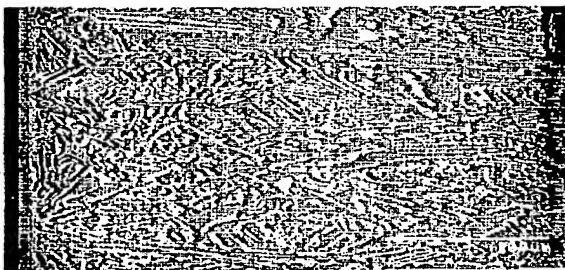
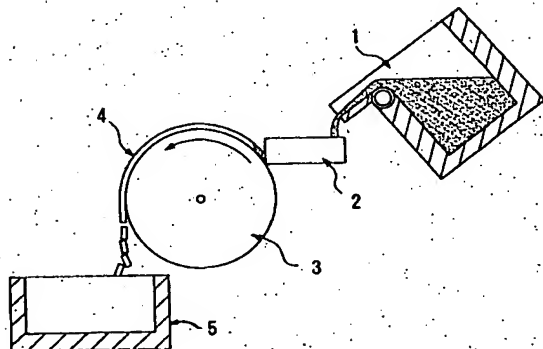


図 2. 左：鑄型面側、右自由面側

【図 4】



フロントページの続き(51) Int. Cl. ⁷

F I

テーマコード (参考)

B 2 2 F 9/08

B 2 2 F 9/08

C

C 2 2 C 33/02

C 2 2 C 33/02

J

H 0 1 F 1/053

H 0 1 F 1/08

A

H 0 1 F 1/06

H 0 1 F 1/08

B

H 0 1 F 1/08

H 0 1 F 1/04

H

H 0 1 F 1/06

A